

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(2) 9894758.9

09/529

D7

# EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

97132358 255

PUBLICATION NUMBER : 63026373  
PUBLICATION DATE : 03-02-88

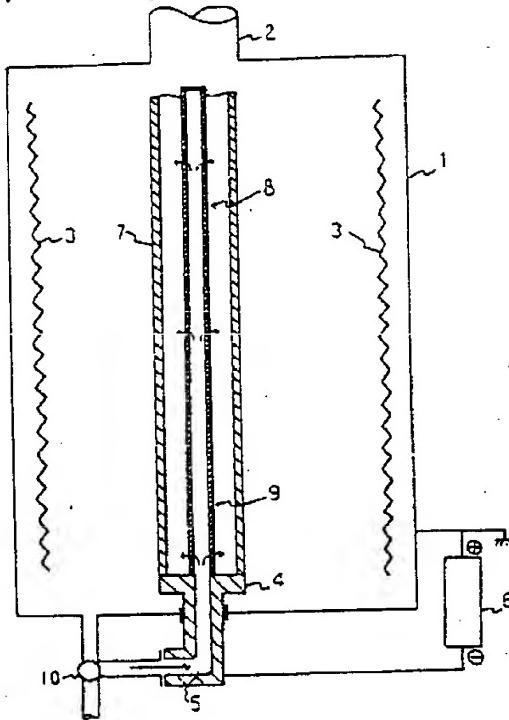
APPLICATION DATE : 18-07-86  
APPLICATION NUMBER : 61169185

APPLICANT : KOBE STEEL LTD;

INVENTOR : YAMADA YASUYUKI;

INT.CL. : C23C 16/50 C23C 16/34

TITLE : METHOD FOR COATING INSIDE OF  
TUBE BY PLASMA CVD



ABSTRACT : PURPOSE: To uniformly coat the inside of a tube independently of size and shape with a simple apparatus by using the tube as an electrode, placing a gas nozzle in the tube and causing hollow cathode discharge on the inside of the tube.

CONSTITUTION: A vacuum vessel 1 is evacuated to a prescribed degree of vacuum, an electrically conductive tube 7 to be coated is heated to a proper temp. with a heater 3 and a reactive gas is introduced into the tube 7 from a gas nozzle 8 having gas jetting holes 9 without switching off the heater 3. A prescribed high bias DC voltage is then applied to the tube 7 with the tube 7 as a first electrode and the vessel 1 as a second electrode. Thus, very bright glow discharge is caused on the inside of the tube 7 as hollow cathode discharge and the inside and outside of the tube 7 can be uniformly coated.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio

*THIS PAGE BLANK (USPTO)*

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A) 昭63-26373

⑫ Int.Cl.<sup>4</sup>

C 23 C 16/50  
16/34

識別記号

府内整理番号

6554-4K  
6554-4K

⑬ 公開 昭和63年(1988)2月3日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 プラズマCVDによる管内面のコーティング方法

⑮ 特願 昭61-169185

⑯ 出願 昭61(1986)7月18日

⑰ 発明者 山田 保之 兵庫県神戸市垂水区つつじが丘4-8-1

⑱ 出願人 株式会社神戸製鋼所 兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

⑲ 代理人弁理士 中村 尚

明細書

1. 発明の名称

プラズマCVDによる管内面のコーティング方法

2. 特許請求の範囲

プラズマCVD法により管内面をコーティングする方法において、コーティングすべき導電性の管自身を第1電極とし、この管内に反応ガスを導入するため長手方向にガス噴出口を備えたガスノズルを前記第1電極管内に配設し、真空引き後、第1電極内に反応ガスを導入し、第1電極と真空槽を第2電極としてこの間に高電圧を印加してホローカソード放電を管内に発生させることにより、前記管の内面をコーティングせしめることを特徴とするプラズマCVDによる管内面のコーティング方法。

2. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は管内面のコーティング技術に係り、より詳細には、プラズマCVD法により管内面、特

に長尺管の内面をコーティングする方法に関するものである。

(従来の技術及び解決しようとする問題点)

管の内面をコーティングする方法としては、イオンプレーティング法など種々の方法が開発されている。

例えば、プラズマCVD法による場合、コーティングすべき管の中に被覆材料をおき、外から電子を導入して管内にグロー放電を発生させ、管内面をコーティングする方法（例、特開昭53-1139；同53-1140）、或いは、管内にプラズマ発生装置や蒸発源を移動可能に設け、これを管軸方向に移動させながら管内面を均一にコーティングしようとする方法（特開昭49-36543；同53-31581）などがある。

しかし、前者の方法では管内面に形成される皮膜が均一になり難く、後者の方法では蒸発源等を管内に設ける必要があるために装置が複雑となり、特に細径の長尺管の内面コーティングに限界があり、更には、いずれの方法でも管内面を均一にコ

コーティングすることは困難である。

本発明は、上記従来技術の欠点を解消し、簡単な構成によって管の内面、特に長尺管、大径管、細径管、長尺管などの内面のコーティングを均一に行うことができる方法を提供することを目的とするものである。

(問題点を解決するための手段)

上記目的を達成するため、本発明者は、コーティングすべき管内に複雑な装置を挿入する必要がない簡易な方策について研究を重ねた結果、管自体を一方の電極とし、この管内にガスノズルを非移動式に設け、管内面にホローカソード放電を生じさせると電子密度が上昇でき、これにより反応ガスのイオン化率が高まることを見出した。

すなわち、本発明に係るCVDによる管内面のコーティング方法は、コーティングすべき導電性の管自体を第1電極とし、この管内に反応ガスを導入するため長手方向にガス噴出口を備えたガスノズルを前記第1電極等内に配設し、真空引き後、第1電極内に反応ガスを導入し、第1電極と真空

し、この噴出口9はガスノズル長手方向に異なるピッチで配列されている。通常、噴出口9の配列は、管内面の全长にわたって反応ガスの濃度が等しくように構成され、反応ガスの導入端から遠ざかる方向に漸次ピッチが小さくなっている。なお、噴出口9の内径は適宜決めることができ、異なる内径にしてもよく、またガスノズル8の先端は閉にするのが望ましい。

勿論、真空容器を模型にしたり或いは支持台を複数設けたりするなど、種々の変形態様も可能である。

(実施例)

第1図に示した装置を使用してプラズマCVD法によりSUS型の管( $\phi 10 \times 200\text{mm}$ )の内面のコーティングを実施した。

まず、真空容器内を  $1 \times 10^{-6}\text{ Torr}$  以下に真空引きの後、ヒータにより管を  $350 \sim 600^\circ\text{C}$  、軽くは  $450^\circ\text{C}$  に加熱し、20~30分間保持する。

次いで、ヒータをオンのまま、 $\text{TiCl}_4$ 、 $\text{H}_2$

槽を第2電極としてこの間に高电压を印加してホローカソード放電を管内に発生させることにより、前記管の内面をコーティングすることを特徴とするものである。

以下に、本発明を実施例に基づいて詳細に説明する。

第1図は本発明の実施に用いるプラズマCVD装置の一例を示している。

図中、1は排气口2を備えた真空容器で、この容器内にはヒータ3が設けられている。容器1の一端には支持台4が気密的に貫通して、かつ、絶縁物を介して固定的に或いは回転可能に取付けてあり、この支持台4内には反応ガス導入通路5が設けられている。10はバルブでこの通路を切換える可能にしている。また支持台4と真空容器1はバイアス直流電源6を介して結線されている。

容器内に突設した支持台部分には、コーティングすべき管7が載置され、この管内に位置するよう管状のガスノズル8が載置されている。ガスノズル8はその管壁に反応ガス噴出口9を多数有

- 4 -

$\text{N}_2$ 、 $\text{Ar}$ の混合ガスを管内面に導入し、 $0.5 \sim 1.0\text{ Torr}$  に圧力を保持する。同時に、管に  $-300 \sim -450\text{ V}$  のバイアスを印加する。これにより、管内面には非常に明るいグロー放電が発生し、ホローカソード放電となる。

所定の時間後、全てをオフにし、コーティングが完了する。

処理後、管を取りだして調べたところ、内面及び外側には $\text{TiN}$ 皮膜が形成されており、膜厚分布も非常に均一であった。

なお、上記実施例では、コーティングすべき管として直管を対象としたが、曲管など他の形状の管の内面コーティングにも適用可能である。

(発明の効果)

以上詳述したように、本発明のプラズマCVD法によれば、各種寸法、形状の管の内面を均一にコーティングすることができ、しかも装置も簡易であるので、実用的で、低コスト化を可能にするものである。

4. 図面の簡単な説明

卷之三

第1図は本発明の実施に用いるプラズマCFVD装置の一例を示す説明断面図である。

1 … 真空容器、 2 … 排気口、 3 … ヒータ、 4 … 支持台、 5 … 反応ガス通路、 6 … バイオスト直流電源、 7 … コーティングすべき管(第1電極)、 8 … ガスノズル、 9 … ガス噴出口、 10 … パルプ。

卷之三十一

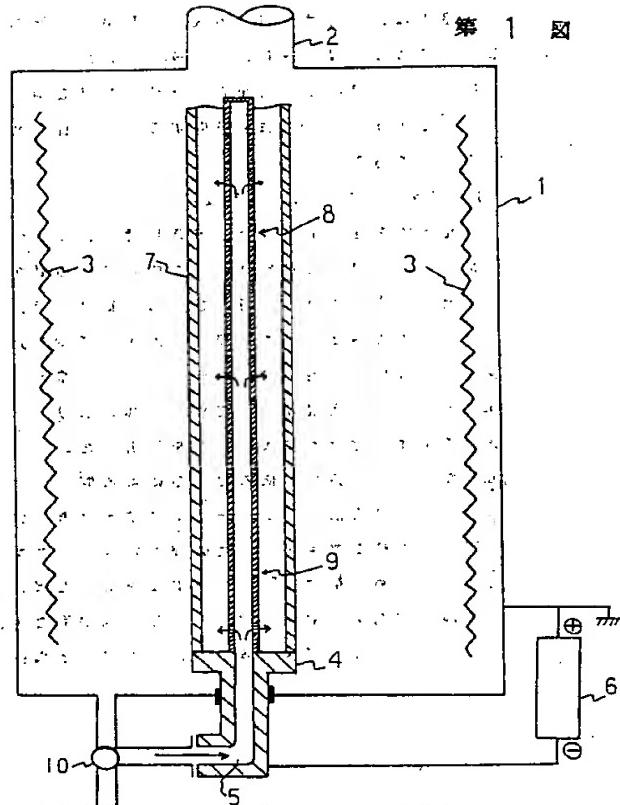
特許出願人：株式会社神戸製鋼所  
代理人弁理士：中村尚

- 7 -

卷之三

特開昭63-26373(3)

第 1 図



• 11. *Grindelia* 175

### 1. THE STATE

*Journal of the American Statistical Association*, Vol. 35, No. 201, March, 1940.

1996-1997 Annual Report

18. 10. 74. - Letzter Tag  
der 1. Versuchsrunde.  
Von 10.00 bis 12.00 Uhr  
wurde mit dem 1. und 2. Ge-  
schoss der 1. Etage gearbeitet.

19. 1995-05-10 10:00:00 1995-05-10 10:00:00

王士禛《香祖偶語》卷之三：「余嘗謂人曰：『詩家之有王右軍，猶如書家之有顏元章。』」

• 11 •

卷之三

### REFERENCES

Figure 10. The effect of the number of hidden neurons on the error.

<sup>1</sup> See also the discussion of the relationship between the two in the section on "Theoretical Implications."

THIS PAGE BLANK (USPTO)